



Avaliação de monolitos do tipo C18 para uso em eletrocromatografia capilar



Valeska S. Aguiar (IC)*, María de Jesús S. G. Ponce (PG), Carla B. G. Bottoli (PQ)
Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.
*valeska_saguiar@hotmail.com

Introdução

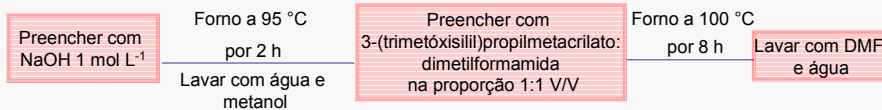
- Os principais métodos de separação instrumentais são baseados em Cromatografia e Eletroforese e, nos últimos anos, tem se desenvolvido aquele que acopla as duas técnicas, a Eletrocromatografia Capilar, um método híbrido que combina a alta eficiência de HPLC (Cromatografia Líquida de Alta Eficiência) com a miniaturização de CE (Eletroforese Capilar).
- A diferença entre estas três técnicas é a força motriz que desloca a fase móvel através da coluna de separação.
- A coluna utilizada em CEC é do tipo capilar, com diâmetro interno que varia entre 50 e 100 μm e apresenta uma fase estacionária que pode ser particulada ou monolítica.
- O monolito usado para seu preenchimento pode ser orgânico ou sintetizado através do processo sol-gel. Neste trabalho, o monolito é orgânico, sendo o polímero constituído por cadeias C18.

Objetivos

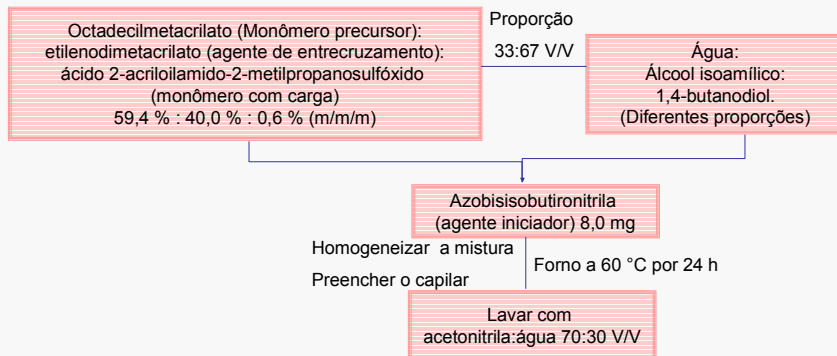
- Desenvolvimento de colunas monolíticas capilares utilizando octadecilmetacrilato como monômero precursor para uso em Eletrocromatografia Capilar.
- Investigação do processo de polimerização, incluindo o tipo e a proporção de monômeros e a proporção dos solventes porogênicos.
- Caracterização das fases estacionárias monolíticas através de avaliação eletroforética com o uso de misturas teste.
- Caracterização das fases estacionárias monolíticas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e porosimetria.

Parte Experimental

Pré-tratamento do capilar



Síntese do monolito



Condicionalmento e avaliação dos capilares

- A coluna capilar preenchida com monolito orgânico é condicionada com solução de eletrólito tampão Tris(25 mmol L⁻¹, pH 8,0):acetoneitrila 30:70 V/V na bomba de HPLC, por, aproximadamente, 30 h.
- Logo depois, o condicionalmento é continuado no equipamento de Eletroforese Capilar através de um gradiente de potencial (5, 10, 15, 20, 25 e 30 kV) com duração de 10 min para cada voltagem aplicada.
- A injeção da amostra composta por alquilbenzenos, tendo como marcador de fluxo a tiourea, é eletrocromatográfica, sendo aplicado um potencial de 10 kV por 5 s.
- Os eletrocromatogramas de cada uma das colunas capilares sintetizadas foram obtidos em triplicata.
- Os parâmetros cromatográficos altura de prato, número de pratos por metro de coluna e fator de retenção foram calculados para cada uma das colunas sintetizadas.
- A caracterização física dos capilares obtidos foi feita através de MEV e porosimetria.

Resultados

Caracterização eletroforética

Tabela 1. Parâmetros cromatográficos, tempo de análise e pressão durante o condicionalmento para cada coluna.

Capilar	Álcool isoamílico: 1,4-butanodiol: Água V/V/V	Eficiência (n° pratos / m)	Altura de prato / μm	Fator de retenção	Tempo de análise / min	Pressão / bar
19'	75:25:0	16300	64	4,0	50,0	50
8'	70:30:0	17800	57	3,6	25,0	30-60
18''	65:35:0	45000	23	3,6	45,0	100
20	75:15:10	15300	68	3,1	12,0	23
21	70:20:10	26400	38	3,9	17,0	30
22	60:30:10	5300	200	1,4	8,0	20-60
23	65:35 (álcool amílico:1,4 butanodiol)	60000	17	3,6	60,0	30

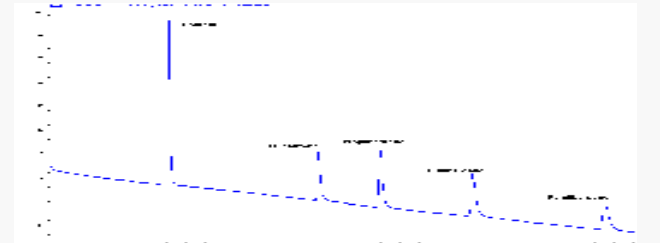


Figura 1. Eletrocromatograma da mistura de alquilbenzenos (5 mmol L⁻¹) e tiourea no capilar 23. Condições eletroforéticas: Eletrólito suporte: tampão Tris 25 mmol L⁻¹ pH 8,0 / acetoneitrila 30:70 V/V; Injeção: 10 kV por 5 s; Corrida: 30 kV; Detecção: 220 nm; Temperatura: 25 °C.

Caracterização física

- A morfologia da estrutura interna da fase monolítica do capilar 23 (mais eficiente), obtida através de MEV, se encontra na Figura 2.



Figura 2. Estrutura do monolito orgânico no interior da coluna capilar de 75 μm de d.i.. OMA:EDMA:AMPS 59,4:40,0:0,6 m/m/m. Solventes porogênicos: álcool amílico:1,4-butanodiol 65:35 V/V.

- As medidas porosimétricas foram feitas apenas para o capilar 8', até o momento, obtendo-se 11,11 m² g⁻¹ como área superficial de poro e 0,03 cm³ g⁻¹ como volume de poro.

Conclusões

- Foram preparadas diversas colunas monolíticas para uso em Eletrocromatografia Capilar a partir do octadecilmetacrilato como monômero precursor.
- A coluna cuja composição foi álcool amílico:1,4-butanodiol 65:35 V/V, ausente de água, foi aquela que apresentou maior eficiência cromatográfica, resultando em 60000 pratos por metro de coluna.
- A caracterização física evidenciou a formação da estrutura monolítica com uma área superficial similar aos valores encontrados na literatura para fases monolíticas orgânicas.

Agradecimentos

